

**PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2001-064491

(43)Date of publication of application : 13.03.2001

(51)Int.Cl.

C08L 67/00

C09C 3/10

(21)Application number : 11-240377

(71)Applicant : SUMIKA COLOR KK

(22)Date of filing : 26.08.1999

(72)Inventor : TAMURA NORIYASU  
SEGAWA SATOSHI  
FUKUDA TAKESHI  
KODAMA KENJI**(54) POLYESTER RESIN COMPOSITION FOR COLORING USE****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain the subject resin composition of master powder type or master batch type excellent in all of dispersibility, compatibility and processability, also especially excellent in compatibility with polyester-based resins, irrespective of its concentration to be used.

**SOLUTION:** This resin composition is obtained by dispersing a dye/pigment in a thermoplastic polyester resin; wherein as a vehicle for dispersing the dye/ pigment, 25-150 wt.%, based on the dye/pigment, of a, low-molecular weight thermoplastic polyester resin 1,800-16,000 in number-average molecular weight is used.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-64491  
(P2001-64491A)

(43) 公開日 平成13年3月13日 (2001.3.13)

(51) Int.Cl.	識別記号	F I	ページ・ド (参考)
C 0 8 L 67/00		C 0 8 L 67/00	4 J 0 0 2
C 0 9 C 3/10		C 0 9 C 3/10	4 J 0 3 7

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平11-240377	(71) 出願人	591229440 住化カラー株式会社 大阪府大阪市北区東天満2丁目6番2号
(22) 出願日	平成11年8月26日 (1999.8.26)	(72) 発明者	田村 典晴 兵庫県伊丹市森本1丁目35番地 住化カラー株式会社大阪工場内
		(72) 発明者	瀬川 聡 兵庫県伊丹市森本1丁目35番地 住化カラー株式会社大阪工場内
		(74) 代理人	100073461 弁理士 松本 武彦

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 着色用ポリエステル樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 使用濃度を問わずに、分散性・相溶性・加工性の全てに優れ、さらに、ポリエステル系樹脂に対する相溶性に特に優れた、マスターパウダータイプあるいはマスターバッチタイプの着色用樹脂組成物を提供する。

【解決手段】 本発明の着色用ポリエステル樹脂組成物は、熱可塑性ポリエステル樹脂に染料を分散させてなる着色用ポリエステル樹脂組成物において、染料分散用ビヒクルとして、数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂を染料に対して25~150重量%の割合で用いられてなることを特徴とする。

(2)

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】熱可塑性ポリエステル樹脂に染料料を分散させてなる着色用ポリエステル樹脂組成物において、染料料分散用ビヒクルとして、数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂を染料料に対して25~150重量%の割合で用いられてなることを特徴とする、着色用ポリエステル樹脂組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、着色用樹脂組成物に関する。さらに詳しくは、熱可塑性ポリエステル樹脂に染料料を分散させてなる着色用ポリエステル樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】熱可塑性樹脂を着色するために使用する着色剤としては種々のタイプのものがあるが、特に最近では、生顔料タイプ、ドライカラータイプ、マスターパウダータイプ、マスターバッチタイプの着色剤が汎用的に使用されている。しかし、生顔料タイプの着色剤は、分散加工せずにそのまま直接配合するために、分散性が十分でなく、さらに、顔料の凝集によって斑点が発生したりするので、外観上好ましくない場合があった。また、着色効果自体も十分なものではなかった。

【0003】また、ドライカラータイプの着色剤は、微粉碎された染料料を、金属石鹸類、ワックス類、無機質の粉末等にて処理・混合して得られる粉末状着色剤であり、着色したい熱可塑性樹脂の表面にブレンダー等にて均一に混合して使用される。しかし、このドライカラータイプの着色剤は微粉末状なので飛散性があり、混合機内の汚染という問題がある。また、分散性も十分とはいえない。

【0004】上記の生顔料タイプおよびドライカラータイプの欠点をカバーすることを目的とした着色剤として、マスターパウダータイプの着色剤がある。このマスターパウダータイプの着色剤は、例えば、加工性の良いポリオレフィンワックスをビヒクルとし、そこに染料料を混練分散した後に粉碎したものであるが、ポリオレフィンワックスのような従来のビヒクルを用いた場合、成形機内でのスリップ現象による吐出量の不安定化、成形物の接着不良、印刷適正不良等の問題があり、さらに、高濃度のマスターバッチを作成するのが困難であった。また、ポリオレフィン系樹脂以外の熱可塑性樹脂、特に、ポリエステル系樹脂に対する相溶性が悪く、ポリエステル系樹脂の着色に使用すると着色むら等の欠陥が生じることが多かった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】したがって本発明が解決しようとする課題は、使用濃度を問わずに、分散性・相溶性・加工性の全てに優れ、さらに、ポリエステル系樹脂に対する相溶性に特に優れた、マスターパウダータ

2

イプあるいはマスターバッチタイプの着色用樹脂組成物を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者は上記課題を解決すべく鋭意検討した。その結果、染料料分散用のビヒクルとして低分子量の熱可塑性ポリエステル樹脂を特定量使用することにより得られる着色用ポリエステル樹脂組成物をマスターパウダータイプあるいはマスターバッチタイプとして用いると、上記の課題が全て解決できることを見いだした。本発明はこのようにして完成された。

【0007】すなわち本発明にかかる着色用ポリエステル樹脂組成物は、熱可塑性ポリエステル樹脂に染料料を分散させてなる着色用ポリエステル樹脂組成物において、染料料分散用ビヒクルとして、数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂を染料料に対して25~150重量%の割合で用いられてなることを特徴とする。

【0008】

【発明の実施の形態】以下本発明を詳細に説明する。本発明にかかる着色用ポリエステル樹脂組成物は、熱可塑性ポリエステル樹脂に染料料を分散させてなる着色用ポリエステル樹脂組成物において、染料料分散用ビヒクルとして、数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂を染料料に対して25~150重量%の割合で用いられてなることを特徴とする。

【0009】本発明にかかる着色用ポリエステル樹脂組成物は、熱可塑性ポリエステル樹脂の配合の仕方によって、マスターパウダータイプとして使用することもでき、マスターバッチタイプとして使用することもできる。マスターパウダータイプとして用いる場合は、本発明にかかる着色用ポリエステル樹脂組成物は、染料料を、染料料に対して25~150重量%の割合の染料料分散用ビヒクルとしての数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂に分散させ、必要に応じて添加剤を加えてなるものである。

【0010】一方、マスターバッチタイプとして用いる場合は、本発明にかかる着色用ポリエステル樹脂組成物は、上記マスターパウダータイプの着色剤を熱可塑性ポリエステル樹脂を用いて希釈してなるものであり、具体的には、染料料を、染料料に対して25~150重量%の割合の染料料分散用ビヒクルとしての数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂に分散させ、必要に応じて添加剤を加えてなるものを、さらに熱可塑性ポリエステル樹脂で希釈してなるものである。

【0011】本発明において用いることができる染料料としては、公知の有機顔料、無機顔料、体質顔料等がいずれも使用できる。有機顔料としては、縮合アゾ等のアゾ系顔料、アントラキノン系、ペリノン系、ペリレン

(3)

系、チオインジゴ系等のスレン系、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン等のフタロシアニン系、キナクリドン系、ジオキサジン系、イソインドリノン系、ピロロピロール系、アニリンブラック、有機蛍光顔料等が挙げられる。無機顔料としては、クレール、パライト、雲母等の天然物、紺青等のフェロシアン化物、硫化亜鉛等の硫化物、硫酸バリウム等の硫酸塩、酸化クロム、亜鉛華、チタン白、弁柄、鉄黒等の酸化物、水酸化アルミニウム等の水酸化物、珪酸カルシウム、群青等のケイ酸塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム等の炭酸塩、カーボンブラック、グラファイト等の炭素、アルミニウム粉、ブロンズ粉、亜鉛粉等の金属粉、その他焼成顔料等が挙げられる。体質顔料としては、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、タルク等が挙げられる。これらの顔料は単独あるいは2種類以上混合して用いられる。また樹脂物性を損なわない範囲であれば染料も使用可能である。

【0012】本発明において、染顔料分散用ビヒクルとして用いる低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂は、数平均分子量が1800~16000の熱可塑性ポリエステル樹脂をいう。ここで、前記染顔料分散用ビヒクルとは、本発明の着色用樹脂組成物を製造する工程の必須段階として、染顔料を混練分散させるための展開媒体をいう。従来は、このビヒクルとして加工性の良いポリオレフィンワックス類が汎用されていたが、ポリオレフィンワックスのような樹脂を用いた場合、成形機内でのスリップ現象による吐出量の不安定化、成形物の接着不良、印刷適正不良等の問題があり、さらに、高濃度のマスターバッチを作成するのが困難であった。また、ポリオレフィン系樹脂以外の熱可塑性樹脂、特に、ポリエステル系樹脂に対する相溶性が悪く、ポリエステル系樹脂の着色に使用すると着色むら等の欠陥が生じることが多かった。本発明においては、このビヒクルとして、低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂を用いることにより、ポリエステル系樹脂に対する相溶性を格段に向上させ、なおかつ、数平均分子量が1800~16000という低分子量の熱可塑性ポリエステル樹脂を用いることにより、加工性も優れたものとなり、成形機内でのスリップ現象による吐出量の不安定化、成形物の接着不良、印刷適正不良等の従来の問題を抑制できた。また、高濃度のマスターバッチを作成することも可能となった。

【0013】前記熱可塑性ポリエステル樹脂とは、ジカルボン酸成分とグリコール成分が縮合されたエステル単位、あるいはジカルボン酸成分やグリコール成分とヒドロキシカルボン酸成分とが縮合されたエステル単位など、エステル結合を有するポリマーである。ジカルボン酸の例としてテレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸、あるいはアジピン酸、セバシン酸等の脂肪族ジカルボン酸が挙げられる。グリコールとしては、エチレングリコール、プロピ

レングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール等が挙げられ、ヒドロキシカルボン酸の例としてp-ヒドロキシ安息香酸などが挙げられる。また、結晶性であっても非晶性であってもよい。

【0014】本発明において、染顔料分散用ビヒクルとして用いる低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂は、数平均分子量が1800~16000であることを特徴とする。このように数平均分子量が1800~16000である低分子量の熱可塑性ポリエステル樹脂を用いることにより、得られる樹脂組成物の加工性、ポリエステル系樹脂との相溶性にも優れたものとなる。また、染顔料の分散性も高くなる。前記数平均分子量が1800より小さいと、マスターバッチを作成する際に、希釈樹脂との相溶性が低下し、拡散性が悪く、高濃度化が困難となるために好ましくなく、16000よりも大きいと、染顔料に対する濡れが低下し、染顔料分散性が低下するため10に好ましくない。

【0015】また、本発明において、染顔料分散用ビヒクルとして用いる低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂は、その軟化点が30~150℃の範囲内にあることが好ましく、50~120℃の範囲内にあることがより好ましい。軟化点が30℃よりも小さいと、常温でも熔融状態となる場合もあり、ハンドリング性を含めた加工時の作業性が良くないために好ましくなく、150℃よりも大きいと、染顔料に対する濡れが低下するためか、分散性が十分でなくなるために好ましくない。

【0016】本発明においては、前記染顔料が、染顔料に対して25~150重量%の割合の染顔料分散用ビヒクルとしての前記低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂に分散されてなることを特徴とする。前記割合が25重量%未満であると、染顔料に対する濡れが悪く、分散性が低下するために好ましくなく、前記割合が150重量%を超えると、マスターバッチ化の際、高濃度品が得られないために好ましくない。

【0017】上記分散の方法は特に限定されないが、例えば、パンバリーミキサー、加圧ニーダー、3本ロールミル、二軸押出機などによる混練分散が挙げられ、中でも特に3本ロールミルが、色替性(掃除法)の点で好ましい。なお、上記分散においては、必要に応じて各種添加剤を加えてもよい。本発明で用いることができる添加剤とは、樹脂物性(加工性、柔軟性、弾性、脆性、取り扱い性等)、樹脂性能(安定性、耐久性、難燃性、保温性等)および加工性(離型性、混練り性等)等を改質させる目的で用いられるものであり、熔融樹脂への添加時に熱分解を起こさないものであれば特に限定されない。例えば、可塑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定化剤、難燃化剤、抗菌剤、帯電防止剤、銅害防止剤、金属

(4)

5

不活性化剤、粘着付与剤、滑剤、スリッパ剤、内部離型剤、防曇剤、付香剤、界面活性剤、湿潤剤、防腐剤、防かび剤、充填剤、補強剤、安定剤、保温剤、発泡剤、防震剤、耐衝撃性向上剤、表面処理剤、分散剤等を挙げることが出来る。

【0018】上記の分散により得られた混練分散混合物は、必要に応じ、種々の粉碎機、例えば、ハンマーミル、ピンミル、高速混合機、フェザーミル、ピクトリーミル等を用いて粉碎し、マスターパウダータイプの着色用樹脂組成物とする。マスターパウダータイプとしての本発明の着色用樹脂組成物の粒度は、4~40メッシュが好ましく、8~20メッシュがより好ましい。

【0019】次に、マスターバッチタイプとして用いる場合の本発明にかかる着色用ポリエステル樹脂組成物は、上述のマスターパウダータイプの着色剤を熱可塑性ポリエステル樹脂を用いて希釈してなるものであり、具体的には、染料料に対して25~150重量%の割合の染料料分散用ビヒクルとしての数平均分子量1800~16000の低分子量熱可塑性ポリエステル樹脂に、染料料を分散させ、必要に応じて添加剤を加えてなるものを、さらに熱可塑性ポリエステル樹脂で希釈してなるものである。

【0020】前記希釈に用いる熱可塑性ポリエステル樹脂の量は特に限定されないが、好ましくは、前記のマスターパウダータイプの着色用樹脂組成物に対して、9900重量%以下の範囲であり、より好ましくは、900重量%以下の範囲である。また、前記染料料に対しては、好ましくは、24750重量%以下の範囲であり、より好ましくは、2250重量%以下の範囲である。

【0021】前記希釈に用いる熱可塑性ポリエステル樹脂とは、ジカルボン酸成分とグリコール成分が縮合されたエステル単位、あるいはジカルボン酸成分とグリコール成分とヒドロキシカルボン酸成分とが縮合されたエステル単位など、エステル結合を有するポリマーである。ジカルボン酸の例としてテレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸等の芳香族ジカルボン酸、あるいはアジピン酸、セバシン酸等の脂肪族ジカルボン酸が挙げられる。グリコールとしては、エチレングリコール、プロピレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、1,3-プロパンジオール、1,4-ブタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ネオペンチルグリコール、1,4-シクロヘキサジメタノール等が挙げられ、ヒドロキシカルボン酸の例としてp-ヒドロキシ安息香酸などが挙げられる。また、結晶性であっても非晶性であってもよい。また、前述のビヒクルとして用いる場合と異なり、当該熱可塑性ポリエステル樹脂の分子量や軟化点は特に限定されない。

【0022】熱可塑性ポリエステル樹脂で希釈してマスターバッチ化するための方法としては、特に限定されな

6

いが、例えば、単軸や二軸の押出機、ニーダー、バンバリーミキサー等が挙げられ、中でも特に、二軸押出機が好ましい。

【0023】

【実施例】以下に本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【実施例1】表1に示した低分子重飽和共重合ポリエステルAを47.9部、銅フタロシアニンブルー(C. I. ピグメントブルー15:3)を50.0部、ステアリン酸マグネシウムを1.0部、フェノール系酸化防止剤を0.1部、万能混合機に投入し、30分間攪拌したのち、加熱温度130℃の三本ローラーミルにて混練・分散させた。次にこの混練分散物を常温まで冷却後、フェザーミル(細川鉄工所社製)1m/mスクリーンで粉碎した後に粒度20~30メッシュの着色用樹脂組成物(1)を得た。

【0024】得られた着色用樹脂組成物(1)を、ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)100重量部に対して表2に示す添加量で配合し、Tダイシート製膜機にて100μm厚シートを作成(3号ダンベル)し、顔料分散性、引張り強度、接着性、加工性について物性評価を行った。結果を表2に示した。なお、物性評価方法は以下の通りである。

(顔料分散性) 得られたシートの外観を目視判定した。

(引張り強度) ASTM-D638に準じ、オートグラフより引張り降伏点強度を測定した。

(接着性) Tダイシート製膜時の、キャストイングロールの剥離性を観察した。

(加工性) Tダイシートの吐き出しムラによるネックイン現象を観察した。

【実施例2】実施例1で得られた着色用樹脂組成物(1)60部と、非晶性ポリエチレンテレフタレート(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)40部を二軸押出機を用いて混練ペレット化し、銅フタロシアニンブルー30%の着色用樹脂組成物(2)を得た。

【0025】得られた着色用樹脂組成物(2)を、ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)100重量部に対して表2に示す添加量で配合し、Tダイシート製膜機にて100μm厚シートを作成(3号ダンベル)し、実施例1と同様に物性評価を行った。結果を表2に示した。

【実施例3】表1に示した低分子重飽和共重合ポリエステルBを30.0部、二酸化チタン(C. I. ピグメントホワイト6)を70.0部、加圧ニーダーにて150℃に加熱し、混練・分散させた。次にこの混練分散物を常温まで冷却後、フェザーミル(細川鉄工所社製)3m/mスクリーンで粉碎した後に粒度10~20メッシュの着色用樹脂組成物(3)を得た。

(5)

7

【0026】得られた着色用樹脂組成物(3)を、ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)100重量部に対して表2に示す添加量で配合し、Tダイシート製膜機にて100 $\mu$ m厚シートを作成(3号ダンベル)し、実施例1と同様に物性評価を行った。結果を表2に示した。

【実施例4】実施例3で得られた着色用樹脂組成物(3)71.4部と、非晶性ポリエチレンテレフタレート(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)28.6部を二軸押出機を用いて混練ペレット化し、二酸化チタン50%の着色用樹脂組成物(4)を得た。

【0027】得られた着色用樹脂組成物(4)を、ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)100重量部に対して表2に示す添加量で配合し、Tダイシート製膜機にて100 $\mu$ m厚シートを作成(3号ダンベル)し、実施例1と同様に物性評価を行った。結果を表2に示した。

【比較例1】実施例1で使用した銅フタロシアニンブルー(C. I. ピグメントブルー15:3)を、そのまま分散加工せずに比較着色剤(1)として用い、ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)100重量部に対して表2に示す添加量で配合し、Tダイシート製膜機にて100 $\mu$ m厚シートを作成(3号ダンベル)し、実施例1と同様に物性評価を行った。結果を表2に示した。

\*

8

\*【比較例2】低分子量ポリエチレンワックス(サンワックス165P、三洋化成(株)製)を50.0部、銅フタロシアニンブルー(C. I. ピグメントブルー15:3)を50.0部、湿润剤として変性アルコールを20.0部、バタフライ式ミキサーに投入し、20分間攪拌したのち、加熱温度110 $^{\circ}$ Cの三本ロールミルにて混練・分散させた。次にこの混練分散物を常温まで冷却後、フェザーミル(細川鉄工所社製)1m/mスクリーンで粉砕した後に粒度20~30メッシュの比較着色用樹脂組成物(2)を得た。

【0028】得られた比較着色用樹脂組成物(2)を、ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)100重量部に対して表2に示す添加量で配合し、Tダイシート製膜機にて100 $\mu$ m厚シートを作成(3号ダンベル)し、実施例1と同様に物性評価を行った。結果を表2に示した。

【比較例3】比較例2で得られた比較着色用樹脂組成物(2)60.0部と、非晶性ポリエチレンテレフタレート(イースターGN071、イーストマンケミカル社製)40.0部を二軸押出機を用いて混練ペレット化しようと試みたが、相溶性が悪いため、ポリエチレンワックスが分離し、押出機のシリンダー内でスリップ現象が起こり、加工できなかった。

【0029】

【表1】

	低分子量飽和共重合ポリエステル	
	A	B
数平均分子量	1800	16000
軟化点( $^{\circ}$ C)	62	102

【0030】

【表2】

(6)

	着色用樹脂組成物の添加量 (重量部 <sup>a</sup> )	Tゲイシートの物性			
		顔料分散性	引張り強度 (kg/cm <sup>2</sup> )	接着性	加工性
実施例1	1	良好	480	問題なし	問題なし
実施例2	1.67	良好	480	問題なし	問題なし
実施例3	2.86	良好	460	問題なし	問題なし
実施例4	4	良好	450	問題なし	問題なし
比較例1	0.5	不良	450	不良	問題なし
比較例2	1	良好	440	不良	若干スリップ現象あり
比較例3	評価できず	評価できず	評価できず	評価できず	評価できず

a: ポリエチレンテレフタレート樹脂(イースターGN071、イーストマ  
ンケミカル社製) 100重量部に対して配合した量。

【0031】

【発明の効果】本発明の着色用ポリエステル樹脂組成物  
は、使用濃度を問わずに、分散性・相溶性・加工性の全  
てに優れ、さらに、ポリエステル系樹脂に対する相溶性

に特に優れた、マスターパウダータイプあるいはマスタ  
ーバッチタイプとして用いることができる着色用樹脂組  
成物である。

フロントページの続き

(72)発明者 福田 剛  
兵庫県伊丹市森本1丁目35番地 住化カラ  
ー株式会社大阪工場内  
(72)発明者 児玉 建治  
兵庫県伊丹市森本1丁目35番地 住化カラ  
ー株式会社大阪工場内

Fターム(参考) 4J002 CF041 CF061 CF071 CF081  
CF181 FD096  
4J037 AA01 AA02 AA04 AA05 AA09  
AA10 AA11 AA15 AA16 AA17  
AA19 AA22 AA24 AA26 AA27  
CB28 CC24 DD04 EE08 EE28  
FF15

**Partial English Translation of Specification of JP 2001-064491 A**  
**Column 1, lines 1 to 13**

[Scope of Claims for Patent]:

[Claim 1]

- 5 A polyester resin composition for coloring prepared by dispersing a pigment/dyestuff in a thermoplastic polyester resin composition, characterized in that a low molecular weight polyester resin of a number average molecular weight of 1800 to 16000 is used in a ratio of 25 to 150 % by weight to the pigment/dyestuff (100% by weight).

10 [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Technical Field]

- The present invention relates to a resin composition for coloring. More particularly, the present invention relates to a polyester resin  
15 composition for coloring prepared by dispersing a pigment/dyestuff in a thermoplastic polyester resin composition.

**Column 1, line 46 to column 4, line 37**

[0005]

20 [Problem to be solved by the Invention]

- Accordingly, problems to be solved by the present invention are to provide a master powder type or master batch type resin composition for coloring excellent in all of dispersibility, compatibility and processability in any used concentration, further excellent in  
25 compatibility with polyester-based resins.

[0006]

- The present inventors have studied intensively to solve the above-described problems. As the result, they found that when polyester resin composition for coloring obtained by using a specified amount  
30 of a thermoplastic polyester resin of a low molecular weight is used as a vehicle for dispersing a pigment/dyestuff is used as a master powder type or master batch type, all of the above-described problems are solved. Thus, the present invention was completed.

[0007]

- 35 Namely, a polyester resin composition of the present invention is characterized in that in a thermoplastic polyester resin composition obtained by dispersing a dyestuff/pigment, 25 to 150% by weight of



alowmolecularweightpolyest rresinhavinganumb raveragemolecular weight of 1800 to 16000 based on the dyestuff/pigment, is used, as a vehicle for dispersing the dyestuff/pigment.

[0008]

5 [Mode for carrying out the invention]

The present invention is described in detail.

The polyester resin composition for coloring of the present invention is characterized in that in a thermoplastic polyester resin composition obtained by dispersing a dyestuff/pigment, 25 to 150% by weight of  
10 alowmolecularweightpolyesterresinhavinganumberaveragemolecular weight of 1800 to 16000 based on the dyestuff/pigment, is used, as a vehicle for dispersing the dyestuff/pigment.

[0009]

The polyester resin composition for coloring of the present invention  
15 can be used as a master powder type or master batch type depending on a method of compounding. When it is used as a master powder type, the polyester resin composition for coloring of the present invention is one prepared by dispersing the dyestuff/pigment in a low molecular weight polyester resin having a number average molecular weight of  
20 1800 to 16000 in a ratio of 25 to 150% by weight based on the dyestuff/pigment, and optionally adding additives.

[0010]

On the other hand, when used as a master batch, the polyester resin composition for coloring of the present invention is a one prepared  
25 by diluting a master powder type coloring agent with a thermoplastic polyester resin composition, specifically, a one prepared by, further diluting a composition obtained by dispersing the dyestuff/pigment in a low molecular weight polyester resin having a number average molecular weight of 1800 to 16000 in a ratio of 25 to 150% by weight  
30 based on the dyestuff/pigment, and optionally adding additives, with a thermoplastic polyester resin.

[0011]

As dyestuff/pigment which can be used in the present invention, any publicly known organic pigments, inorganic pigment and  
35 bodies(extender pigments) can be used.

Examples of the organic pigm nt include azo pigm nts such as insoluble azo and condensed azo, thren system such as anthraquinone, perynone,

perylene and thioindigo, phthalocyanine system such as phthalocyanine blue and phthalocyanine green, nitroso dye such as naphthol green-B and naphthol green-Y., quinacridone, dioxazine, isoindolinone, pyrrolopyrrole, aniline black, and organic fluorescent pigments.

- 5 Examples of inorganic pigment include natural pigments such as clay, barite, mica, etc., chromate such as chrome yellow, zinc yellow, barium yellow, etc., ferrocyanide such as Prussian blue, etc., sulfide such as zinc sulfide, etc., sulfate such as barium sulfate, etc., oxide such as chromium oxide, zinc white, titanium white, red iron oxide, 10 iron black, chromium oxide, etc., hydroxide such as aluminum hydroxide, etc., silicate such as calcium silicate, ultramarine blue, etc., carbonate such as calcium carbonate, magnesium carbonate, etc., carbon such as carbon black, pine soot, bone black, graphite, etc., metallic powder such as aluminum powder, bronze powder, zinc powder, etc., 15 and other burned pigments. Examples of extender include calcium carbonate, barium sulfate, talc, etc. These pigments are used individually or by mixing two or more kinds. Dyes may also be used to the range that would not impair resin properties.

[0012]

- 20 In the present invention, the low molecular weight thermoplastic polyester resin as a vehicle for dispersing a pigment means a thermoplastic polyester resin having a number average molecular weight of 1,800 to 16,000.

- Herein, the above-described vehicle for dispersing a dyestuff/pigment 25 means a extending medium for mixing and dispersing the dyestuff/pigment as an essential step for producing the resin composition of the present invention. Hitherto, as this vehicle, polyolefin waxes good in processability have been usually used, but when a resin such as a polyolefin wax is used, there are problems such as instability in 30 a charged amount caused to a slip phenomenon in a molding machine, bad adhesion of moldings, bad printability and the like, further it was difficult to produce a master batch of high concentration. Thermoplastic resins other than polyolefin resins, particularly since a compatibility with a polyester resin was bad, defects such as uneven 35 coloration and the like were often raised.

In the present invention, the compatibility with polyester resins is remarkably improved by using a low molecular weight thermoplastic

polyester resin as this vehicle, and further the processability was improved by using a low molecular weight thermoplastic polyester resin having a molecular weight as low as 1800 to 16000, as results, the conventional problems such as such as instability in a charged amount  
5 caused to a slip phenomenon in a molding machine, bad adhesion of moldings, bad printability and the like, could be suppressed. Further, production of a master batch of high concentration became possible.  
[0013]

The above-described thermoplastic polyester resin is a polymer having  
10 ester bond, such as ester unit with dicarboxylic acid component and glycol component condensed, or ester unit with dicarboxylic acid component, glycol component, and hydroxycarboxylic acid component condensed, etc. Examples of the dicarboxylic acid include aromatic dicarboxylic acid such as terephthalic acid, isophthalic acid,  
15 phthalic acid, 2,6-naphthalenedicarboxylic acid, 4,4'-diphenyldicarboxylic acid, etc., or aliphatic dicarboxylic acid such as adipic acid, sebacic acid, etc. Examples of the glycol includes ethylene glycol, propylene glycol, diethylene glycol, triethylene glycol, 1,3-propanediol, 1,4-butane diol, 1,6-hexanediol, neopentyl  
20 glycol, 1,4-cyclohexene dimethanol, etc., and examples of hydroxycarboxylic acid include p-hydroxybenzoic acid, etc. Further, these may be crystalline or non-crystalline.  
[0014]

The low molecular weight thermoplastic polyester resin used as a  
25 vehicle in the present invention is characterized by having a number average molecular weight of 1800 to 16000.

The processability of the resin composition obtained and compatibility with polyester resins become excellent through use of the low molecular weight thermoplastic polyester resin having a number average  
30 molecular weight of 1800 to 16000.

When the number average weight molecular weight is less than 1800, it may unfavorably become difficult to obtain the composition of the high concentration because the compatibility with a diluting resin becomes poor and the dispersibility is poor. On the other hand, when  
35 exceeds 16000, a wettability with a dyestuff/pigment deteriorates and dispersibility of the dyestuff/pigment deteriorates, therefore, it is not preferable.

[0015]

Further, the low molecular weight thermoplastic polyester resin preferably has a melting point within a range of 30 to 150 °C, more preferably 50 to 120°C. When the melting point is lower than 30 °C, operability including a handling property during processing is not good because it may exhibit a molten state at ordinary temperature, therefore it is not preferable. On the other hand, when higher than 150°C, it is not preferable that the dispersibility becomes insufficient because the wettability to the dyestuff/pigment may deteriorate.

[0016]

In the present invention, it is characterized that the dyestuff/pigment is dispersed in the low molecular weight thermoplastic polyester resin as the vehicle of 25 to 150 % by weight based on the dyestuff/pigment (100 % by weight). When the amount of the vehicle is less than 25 % by weight, a dispersibility deteriorates due to bad wettability. On the other hand, when more than 150 % by weight, a master batch of a high concentration can not be obtained in the production of the master batch.

20 Column 5, line 13 to column 10, line 28

[0019]

Next, when it is used as a master batch, the polyester resin composition for coloring of the present invention is a one obtained by diluting the above-described coloring agent of a master powder typewithathermoplasticpolyesterresin, specifically, it is obtained by dispersing a dyestuff/pigment in the low molecular weight thermoplastic polyester resin of a number average molecular weight of 1800 to 16000 as the vehicle for dispersing a dyestuff/pigment of 25 to 150 % by weight based on the dyestuff/pigment, optionally additives thereto, and further diluting thus obtained composition with the thermoplastic polyester resin.

[0020]

The amount of the above-described thermoplastic polyester resin is not particularly limited, but is preferably 9900% by weight or less to the above-described coloring resin composition of the master powder type, more preferably 900% by weight or less. Further, it is preferably 24750% by weight or less to the above-described dyestuff/pigment,

more preferably 2250% by weight or 1 ss.

[0021]

The above-described thermoplastic polyester resin used for dilution, is a polymer having ester units such as ester units with dicarboxylic acid component and glycol component condensed, or ester units with dicarboxylic acid component, glycol component, and hydroxycarboxylic acid component condensed, etc. Examples of the dicarboxylic acid include aromatic dicarboxylic acid such as terephthalic acid, isophthalic acid, phthalic acid, 2,6-naphthalenedicarboxylic acid, 4,4'-diphenyldicarboxylic acid, etc., or aliphatic dicarboxylic acid such as adipic acid, sebacic acid, etc. Examples of the glycol includes ethylene glycol, propylene glycol, diethylene glycol, triethylene glycol, 1,3-propanediol, 1,4-butane diol, 1,6-hexanediol, neopentyl glycol, 1,4-cyclohexene dimethanol, etc., and examples of hydroxycarboxylic acid include p-hydroxybenzoic acid, etc.

In addition, these may be crystalline or non-crystalline. Further, The thermoplastic polyester resin is not particularly limited in a molecular weight and a softening point differing from those used for the vehicle.

[0022]

A method of obtaining a master batch by diluting the thermoplastic polyester resin, is not particularly limited, and for example, a single- or twin-screw extruder, kneader or Banbury mixer is listed. Among them, twin screw extruder is particularly preferable.

[0023]

The present invention is explained in detail, but is not limited to Examples.

[Example]

[Example 1]

47.9 Parts by weight of a low molecular weight saturated polyester A shown in Table 1, 50 parts by weight of copper phthalocyanine blue (C.I. pigment blue 15:3), 1.0 part by weight of magnesium stearate and 0.1 part by weight of a phenol type antioxidant were charged into an all-purpose mixer and stirred for 30 minutes and, thereafter, were kneaded and dispersed with a three-rolls mill heated at 130°C. Next, after this kneaded mixture was cooled to room temperature, it was pulverized by a feather mill (manufactured by HOSOKAWA TEKKOSHO, Ltd.),

1m/m screen to obtain a coloring resin composition (1) of 20 to 30 mesh in size.

[0024]

The obtained coloring resin composition (1) in an amount shown in  
5 Table 2 to 100 parts by weight of polyethylene terephthalate resin(Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) was compounded, formed into a sheet of 100 $\mu$ m in thickness (No. 3 dumbbell) by a T-die sheet forming machine, and evaluated in physical properties of a pigment dispersibility, adhesion property and  
10 processability. The result was shown in Table 2.

In addition, methods of evaluation of physical properties are as follows:

(Pigment dispersibility) Appearance of the obtained sheet was observed and judged with eyes.

15 (Tensile strength) Tensile fracture strength was measured by an Autograph according to ASTM-D638.

(Adhesion property) Peeling property of a casting roll at film forming was observed.

(Processability) A neck-in phenomena caused by uneven discharge of  
20 a T-die sheet was observed.

[Example 2]

60 Parts by weight of the coloring resin composition(1) obtained in Example 1 and 40 parts by weight of non-crystalline polyethylene terephthalate (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) were kneaded and pelletized with a twin screw extruder to obtain  
25 a coloring resin composition(2) containing 30% by weight of copper phthalocyanine blue.

[0025]

The obtained coloring resin composition(2) in an added amount shown  
30 in Table 2 to 100 parts by weight of polyethylene terephthalate (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) was compounded, formed into a sheet of 100 $\mu$ m in thickness (No. 3 dumbbell) by a T-die sheet forming machine, and evaluated in the same manner as in Example 1. The result was shown in Table 2.

35 [Example 3]

30.0 Parts by weight of a 1 w molecular weight polyester resin B shown in Tabl 1 and 70 parts by weight of titanium oxide (C.I. pigment

white 6) were heated to 150, kneaded and dispersed with a kneader. Next, this composition kneaded and dispersed was pulverized by a feather mill (manufactured by HOSOKAWA TEKKOSHO, Ltd.), 3 m/m screen to obtain a coloring resin composition (3) of 10 to 20 mesh in size.

5 [0026]

The obtained coloring resin composition (3) in an amount shown in Table 2 to 100 parts by weight of polyethylene terephthalate resin (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) was compounded, formed into a sheet of 100  $\mu$ m in thickness (No. 3 dumbbell) by a T-die sheet forming machine, and evaluated in the same manner as in Example 1. The result was shown in Table 2.

[Example 4]

71.4 Parts by weight of the coloring resin composition (3) obtained in Example 3 and 28.6 parts by weight of non-crystalline polyethylene terephthalate (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) were kneaded and pelletized with a twin screw extruder to obtain a coloring resin composition (4) containing 50% by weight of titanium oxide.

[0027]

20 The obtained coloring resin composition (4) in an added amount shown in Table 2 to 100 parts by weight of polyethylene terephthalate (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) was compounded, formed into a sheet of 100  $\mu$ m in thickness (No. 3 dumbbell) by a T-die sheet forming machine, and evaluated in the same manner as in Example 1. The result was shown in Table 2.

[Comparative Example 1]

Copper phthalocyanine blue (C.I. pigment blue 15:3) used in Example 1 was used as it was, without dispersion processing, as Coloring agent for comparison (1) and compounded with 100 parts by weight of polyethylene terephthalate (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) in an added amount shown in Table 2, formed into a sheet of 100  $\mu$ m in thickness (No. 3 dumbbell) by a T-die sheet forming machine, and evaluated in the same manner as in Example 1. The result was shown in Table 2.

35 [Comparative Example 2]

50.0 Parts by weight of a low molecular weight polyethylene wax (Sun Wax 165P, manufactured by Sanyo Chemical Industries, Ltd.), 50.0 parts

by weight of copper phthalocyanine blue(C.I. pigment blue 15:3), and 20.0 parts by weight of a modified alcohol as a wetting agent were charged into a butterfly type mixer and stirred for 20 minutes, thereafter, and kneaded and dispersed with a three-rolls mill heated at 110°C. Next, after this kneaded mixture was cooled to room temperature, it was pulverized by a feather mill(manufactured by HOSOKAWA TEKKOSHO, Ltd.), 1m/m screen to obtain a coloring resin composition for comparison (2) of 20 to 30 mesh in size.

[0028]

The obtained coloring resin composition for comparison (2) in an amount shown in Table 2 was compounded with 100 parts by weight of polyethylene terephthalate resin(Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.), formed into a sheet of 100 $\mu$ m in thickness (No. 3 dumbbell) by a T-die sheet forming machine, and evaluated in the same manner as in Example 1. The result was shown in Table 2.

[Comparative Example 3]

60.6 Parts by weight of the coloring resin composition for comparison(2) obtained in Comparative Example 2 and 40.0 parts by weight of non-crystalline polyethylene terephthalate (Easter GN071, manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.) were tried to knead and pelletize with a twin screw extruder, but since the compatibility was bad, the polyethylene was separated. As the result, a processing was impossible because a slipping phenomena was raised in a cylinder of the extruder.

[0029]

	Low molecular weight saturated polyester copolymer	
	A	B
Number average molecular weight	1800	16000
Softening point(°C)	62	102



[0030] [Table 2]

	Added amount of resin composition for coloring (Part by weight <sup>a</sup> )	Physical Properties of T-die sheet			Adhesion Property	Processability
		Pigment dispersibility	Tensile Strength (kg/cm <sup>2</sup> )			
Example 1	1	Good	480		No problem	No problem
Example 2	1.67	Good	480		No problem	No problem
Example 3	2.86	Good	460		No problem	No problem
Example 4	4	Good	450		No problem	No problem
Comparative Example 1	0.5	Bad	450		Bad	No problem
Comparative Example 2	1	Good	440		Bad	There is somewhat slipping phenomena
Comparative Example 3		Evaluation was impossible	Evaluation was impossible	Evaluation was impossible	Evaluation was impossible	Evaluation was impossible

a: Amount added to 100 parts by weight of polyethylene terephthalate (Easter GN071,  
manufactured by Eastman Chemical Company, Ltd.)